



Journées Thématiques « Molécules organiques et UHV » 12 et 13 octobre 2015

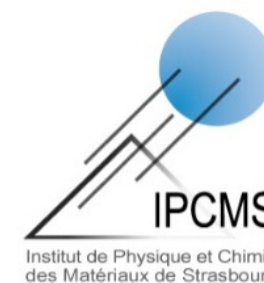


Evaporation sous vide depuis la phase solide :
Méthodes, exemples et problèmes rencontrés

Virginie SPEISSER

Assistante Ingénieure en Instrumentation Scientifique

virginie.speisser@ipcms.unistra.fr



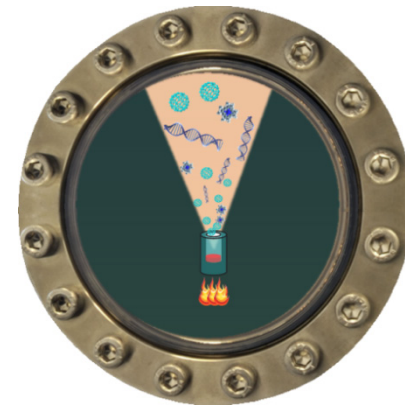
Evaporation sous vide, depuis la phase solide

1. Méthodes d'évaporation sous vide

2. Dispositifs d'évaporation & exemples de résultats:

- ✦ Evaporation « spontanée » à température ambiante
- ✦ Evaporation thermique par conduction
- ✦ Evaporation thermique par bombardement électronique

3. Problèmes à résoudre



Evaporation sous vide, depuis la phase solide

I. Méthodes d'évaporation sous vide

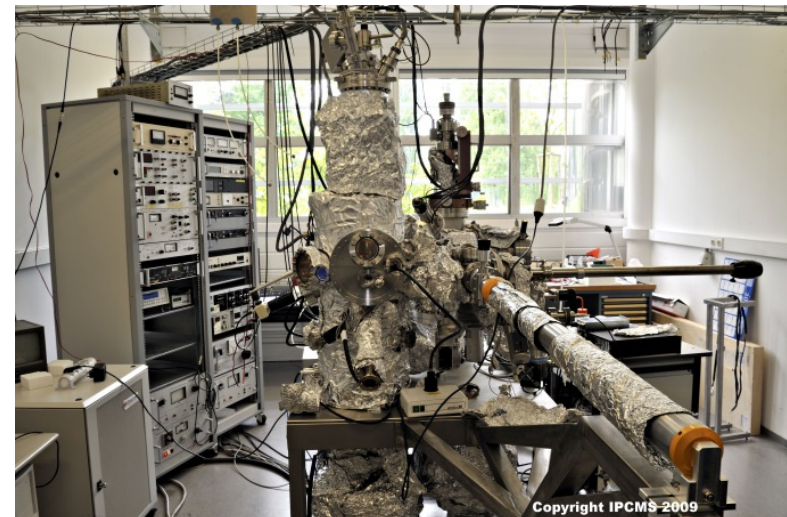
- ✦ Objectif :

- ↪ Dépôt inférieur à la monocouche, de très grande pureté sous Ultravide

- ✦ Méthode

- ↪ Calibration à la balance à quartz

- ↪ Caractérisation du dépôt par microscopie à effet tunnel (STM), complétée par des calculs (type DFT)



Evaporation sous vide, depuis la phase solide

2. Dispositifs d'évaporation & exemples de résultats

2.1. Evaporation « spontanée » à température ambiante



✦ Avantages

- ↪ Faible coût
- ↪ Facile à mettre en œuvre

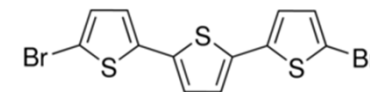
✦ Inconvénients

- ↪ Evaporation continue => risque de pollution de l'enceinte
- ↪ Flux variant avec la température
- ↪ Flux indétectable avec la balance à quartz
- ↪ Pas de contrôle de température

Evaporation sous vide, depuis la phase solide

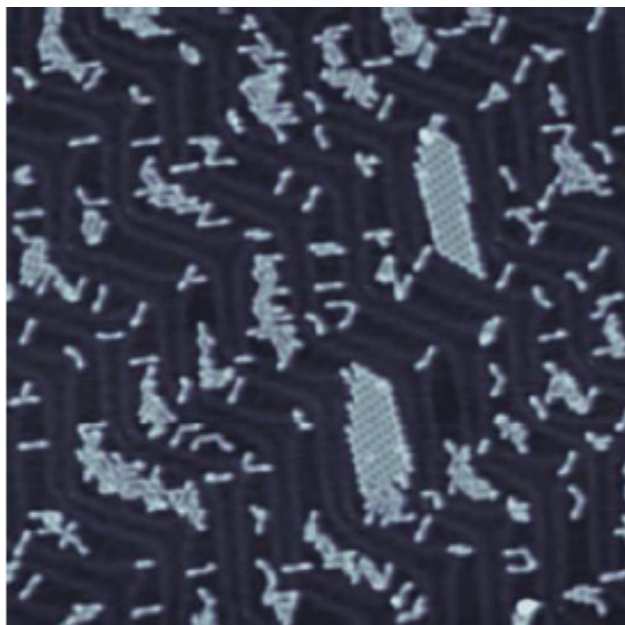
2. Dispositifs d'évaporation & exemples de résultats

2.1. Evaporation « spontanée » à température ambiante

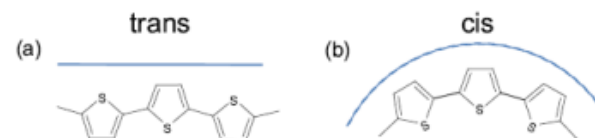
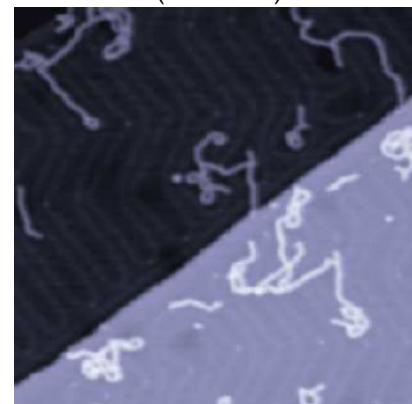


✦ Molécules de dibromoterthiophène, évaporées à température ambiante

Dépôt sur une surface d'Au(111)
(75x75nm²)



Recuit à 200°C (=> polymérisation)
(75x75nm²)



Evaporation sous vide, depuis la phase solide

2. Dispositifs d'évaporation & exemples de résultats

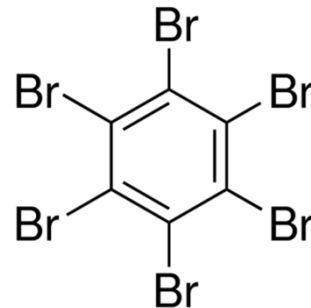
2.1. Evaporation « spontanée » à température ambiante

✦ Ce qui n'a pas fonctionné!

↪ Molécules d'hexabromobenzène

=> aucun contrôle du flux, dépôt épais (une ou plusieurs monocouches)

=> pollution de l'enceinte sous vide



Evaporation sous vide, depuis la phase solide

2. Dispositifs d'évaporation & exemples de résultats

2.2. Evaporation thermique par conduction

jusqu'à 250°C



Dispositif fait « maison »

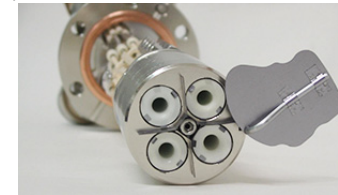
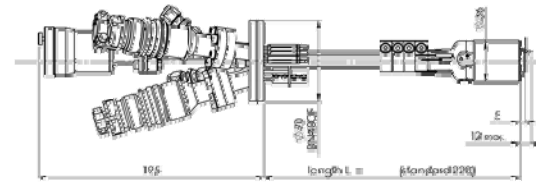
✦ Avantages

- ↪ Faible coût
- ↪ Reproductibilité
- ↪ Lecture directe de la température dans le creuset

✦ Inconvénients

- ↪ Absence de cache
- ↪ Aucun système de refroidissement

jusqu'à 900°C
(données constructeur)



Dispositif commercial, multi-moléculaire
(MBE Komponenten)

- ↪ Evaporer plusieurs molécules en même temps
- ↪ Cache
- ↪ Refroidissement
- ↪ Reproductibilité

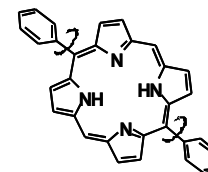
- ↪ Incertitude sur la température
- ↪ Cross-talk multimoléculaire ???
- ↪ Coût

Evaporation sous vide, depuis la phase solide

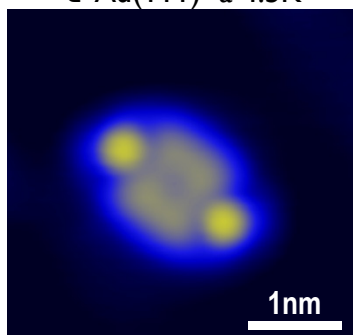
2. Dispositifs d'évaporation & exemples de résultats

2.2. Evaporation thermique par conduction

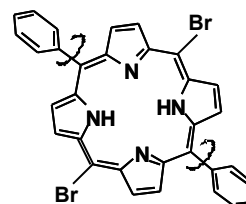
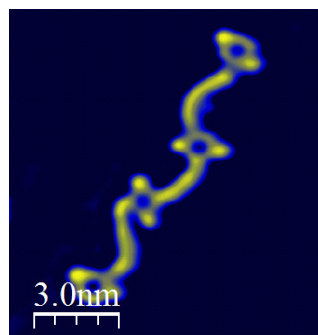
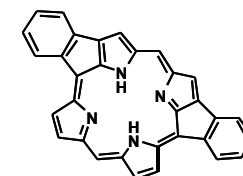
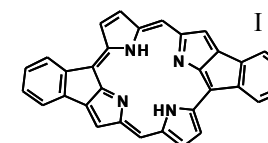
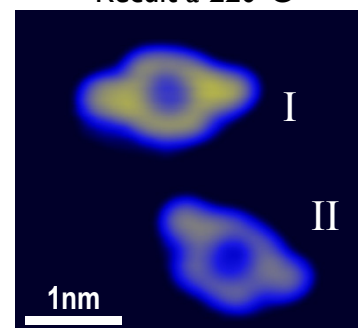
✦ Molécules de porphyrine, évaporées à 200 °C



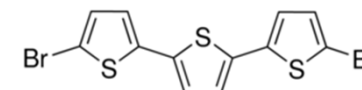
Dépôt sur une surface
d' Au(111) à 4.5K



Recuit à 220°C



+



Evaporation sous vide, depuis la phase solide

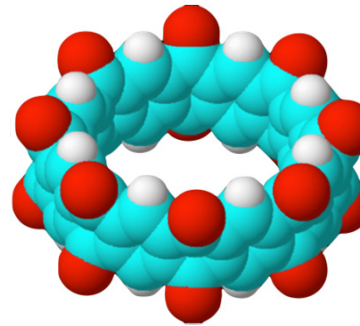
2. Dispositifs d'évaporation & exemples de résultats

2.2. Evaporation thermique par conduction

✦ Ce qui n'a pas fonctionné!

↳ Molécules de calixarène

=> changement de l'aspect des molécules dans le creuset après les tests d'évaporation

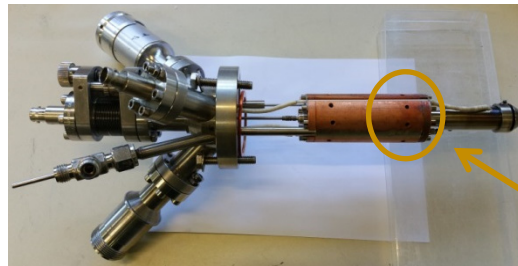


Evaporation sous vide, depuis la phase solide

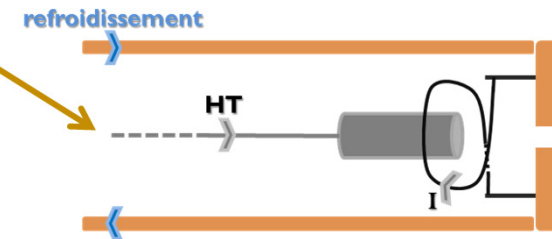
2. Dispositifs d'évaporation & exemples de résultats

2.3. Evaporation thermique par bombardement électronique

jusqu'à 450°C



Dispositif commercial,
EFM3 (Omicron)



✦ Avantages

- ↪ Reproductibilité
- ↪ Refroidissement
- ↪ Cache

✦ Inconvénients

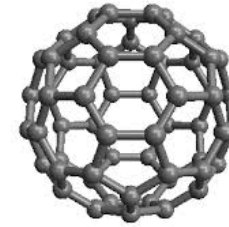
- ↪ Pas de lecture directe de la température d'évaporation
- ↪ Coût
- ↪ Problème de craquage en fonction de la position du creuset par rapport au filament

Evaporation sous vide, depuis la phase solide

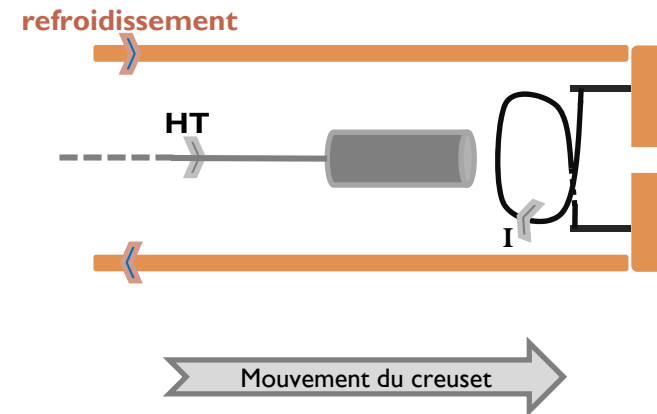
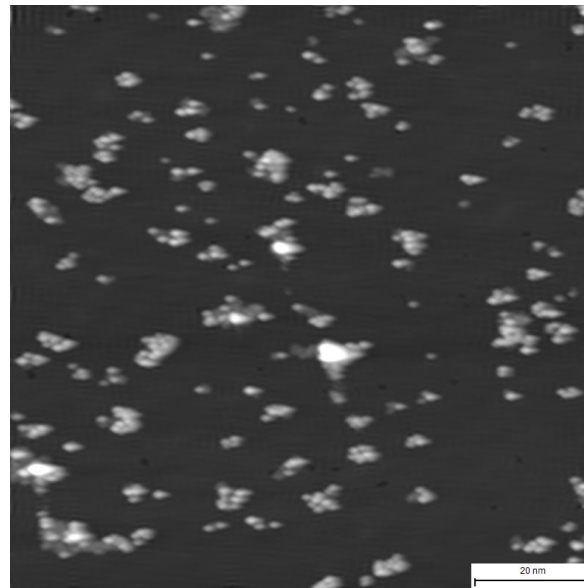
2. Dispositifs d'évaporation & exemples de résultats

2.3. Evaporation thermique par bombardement électronique

✦ Molécules de fullerène (C_{60}), évaporées à 450 °C



Dégradation des molécules de C_{60}

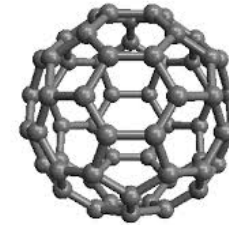


Evaporation sous vide, depuis la phase solide

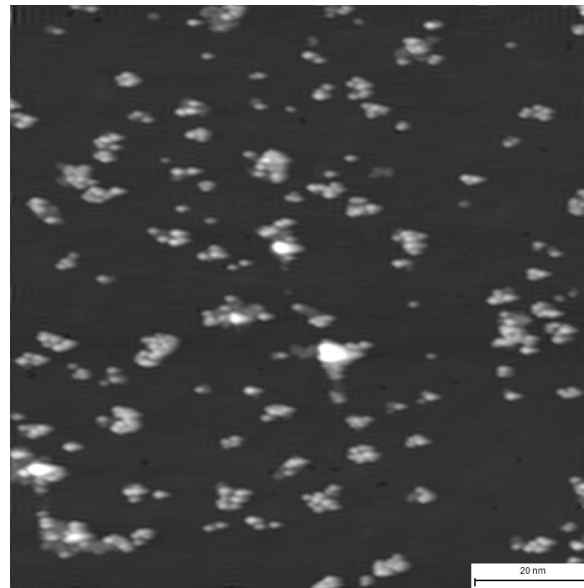
2. Dispositifs d'évaporation & exemples de résultats

2.3. Evaporation thermique par bombardement électronique

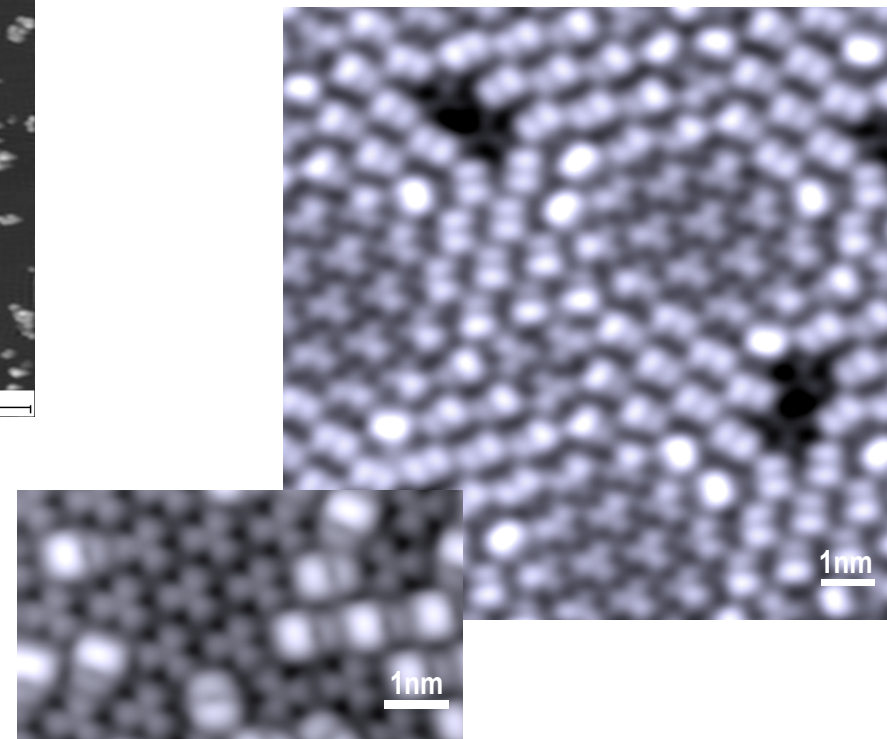
✦ Molécules de fullerène (C_{60}), évaporées à 450 °C



Dégradation des molécules de C_{60}



Dépôt sur une surface d'Au(111)

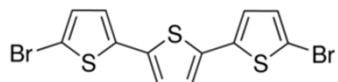


Evaporation sous vide, depuis la phase solide

2. Dispositifs d'évaporation & exemples de résultats

2.4. Résumé

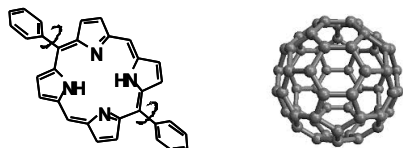
✦ Molécules « de petite taille »
Evaporation à température ambiante



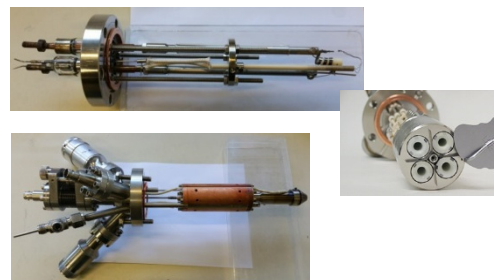
Evaporation « spontanée »



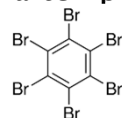
✦ Molécules « de taille intermédiaire »
et « de grande taille »
Evaporation $100^{\circ}\text{C} < T^{\circ} < 500^{\circ}\text{C}$



Evaporation thermique

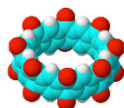


✦ Molécules « de très petite taille »
Evaporation à température ambiante



Problème de contrôle du flux

✦ Molécules « de très grande taille »
Evaporation à $T^{\circ} > 500^{\circ}\text{C}$

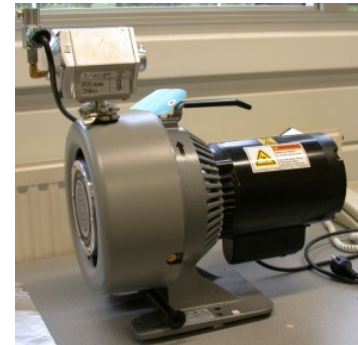
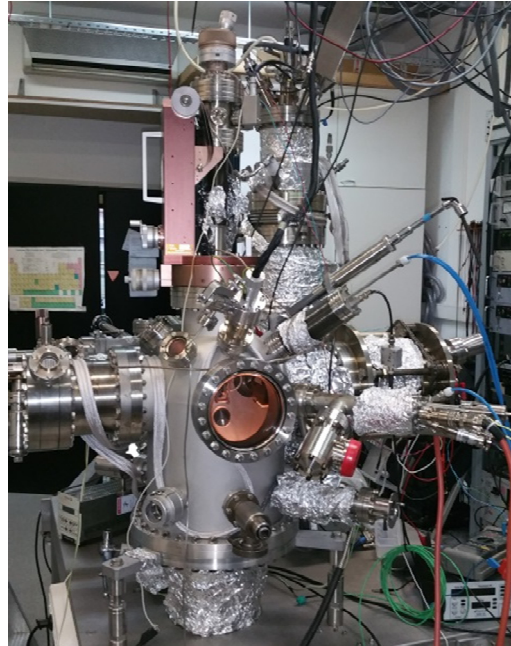


Craquage des molécules

Evaporation sous vide, depuis la phase solide

3. Problèmes à résoudre : les pollutions

- ✦ Pollution des systèmes de pompage et chambres à vide
- ↳ Etuvage, abrasion chimique et mécanique, ajout de filtre



Avez-vous des questions ou des solutions / améliorations à proposer?